

INTERNATIONAL COOPERATION TREATY

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

To:

Assistant Commissioner for Patents  
United States Patent and Trademark  
Office  
Box PCT  
Washington, D.C.20231  
ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing:

09 March 2000 (09.03.00)

International application No.:

PCT/JP99/04556

Applicant's or agent's file reference:

TCR364

International filing date:

24 August 1999 (24.08.99)

Priority date:

26 August 1998 (26.08.98)

Applicant:

MIYAZAKI, Akira et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:

24 December 1999 (24.12.99)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer:

J. Zahra

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## PATENT COOPERATION TREATY

## PCT

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference TCR364	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP99/04556	International filing date (day/month/year) 24 August 1999 (24.08.99)	Priority date (day/month/year) 26 August 1998 (26.08.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C04B 35/10		
Applicant TOSHIBA CERAMICS CO., LTD.		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 3 sheets, including this cover sheet.

☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of \_\_\_\_\_ sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

RECEIVED  
 APR 24 2001  
 TC1700 MAIL ROOM

Date of submission of the demand 24 December 1999 (24.12.99)	Date of completion of this report 08 September 2000 (08.09.2000)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/04556

## I. Basis of the report

### 1. With regard to the **elements** of the international application:\*

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the claims:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

### 2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

### 3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

### 4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

### 5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/04556

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO

### 2. Citations and explanations

The subject matter of claims 1-5 is neither disclosed in any of the documents cited in the ISR, nor can it be said that it could be arrived at by a specialist in the technical field in question in an obvious or logical way based purely on prior art.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/04556

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl<sup>6</sup> C04B35/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl<sup>6</sup> C04B35/00-35/22

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-1999
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-1999	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-1999

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 8-231266, A (Applied Materials Inc.), 10 September, 1996 (10.09.96) (Family: none)	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
01 November, 1999 (01.11.99)

Date of mailing of the international search report  
09 November, 1999 (09.11.99)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl.<sup>6</sup> C04B35/10

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl.<sup>6</sup> C04B35/00~35/22

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926~1996年  
日本国公開実用新案公報 1971~1999年  
日本国登録実用新案公報 1994~1999年  
日本国実用新案登録公報 1996~1999年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 8-231266, A (アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド) 10. 9月. 1996 (10. 09. 96) (ファミリーなし)	1-5

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 01. 11. 99

国際調査報告の発送日 09.11.99

国際調査機関の名称及びあて先  
日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号 100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)  
米田 健志

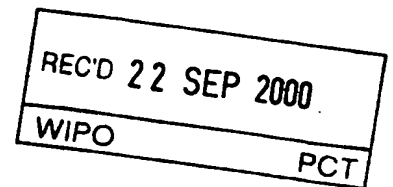
4T 8924

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

P C T

## 国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)  
〔PCT36条及びPCT規則70〕

出願人又は代理人 の書類記号 T C R 3 6 4	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知（様式PCT/ I P E A / 4 1 6）を参照すること。	
国際出願番号 P C T / J P 9 9 / 0 4 5 5 6	国際出願日 (日.月.年) 2 4 . 0 8 . 9 9	優先日 (日.月.年) 2 6 . 0 8 . 9 8
国際特許分類 (IPC) I n t . C l <sup>7</sup> C 0 4 B 3 5 / 1 0		
出願人 (氏名又は名称) 東芝セラミックス株式会社		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条（PCT36条）の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で <u>3</u> ページからなる。  <input type="checkbox"/> この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び／又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び／又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属書類は、全部で _____ ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。  I <input checked="" type="checkbox"/> 国際予備審査報告の基礎 II <input type="checkbox"/> 優先権 III <input type="checkbox"/> 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 IV <input type="checkbox"/> 発明の単一性の欠如 V <input checked="" type="checkbox"/> PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 VI <input type="checkbox"/> ある種の引用文献 VII <input type="checkbox"/> 国際出願の不備 VIII <input type="checkbox"/> 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 2 4 . 1 2 . 9 9	国際予備審査報告を作成した日 0 8 . 0 9 . 0 0	
名称及びあて先 日本国特許庁 (I P E A / J P) 郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員)  米田 健志  電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 6 5	4 T 8 9 2 4

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。  
PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 出願時に提出されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 出願時に提出されたもの  
図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語  
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語  
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった  
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ  
☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項  
☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならない、本報告に添付する。)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性(N)	請求の範囲	1~5	有
	請求の範囲		無
進歩性(IS)	請求の範囲	1~5	有
	請求の範囲		無
産業上の利用可能性(IA)	請求の範囲	1~5	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明(PCT規則70.7)

請求の範囲1~5に記載の発明は、国際調査報告で引用された文献に記載されておらず、当該技術分野の専門家が単に先行技術から明白に又は論理的に導くことができるものであるともいえない。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

E P



P C T

## 国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第40、41条)  
〔PCT 18 条、PCT 規則43、44〕

出願人又は代理人 の書類記号 TCR 364	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP99/04556	国際出願日 (日.月.年) 24.08.99	優先日 (日.月.年) 26.08.98
出願人 (氏名又は名称) 東芝セラミックス株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT 18 条)の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT 規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

**HIC PAGE BLANK (USPTO)**

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>6</sup> C04B35/10

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>6</sup> C04B35/00~35/22

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926~1996年

日本国公開実用新案公報 1971~1999年

日本国登録実用新案公報 1994~1999年

日本国実用新案登録公報 1996~1999年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P, 8-231266, A (アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド) 10. 9月. 1996 (10. 09. 96) (ファミリーなし)	1-5

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

01. 11. 99

国際調査報告の発送日

09.11.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志

4 T

8924

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

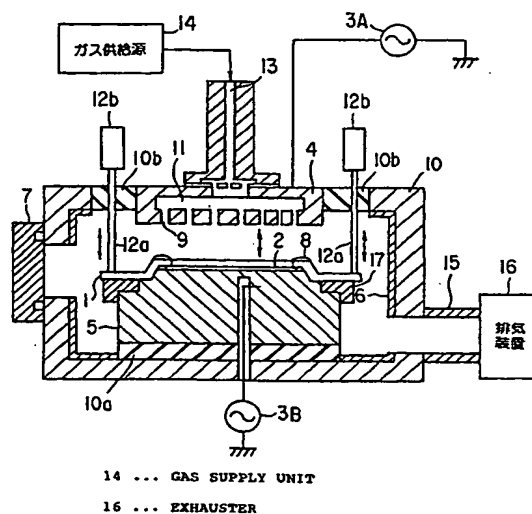
**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



(51) 国際特許分類6 C04B 35/10	A1	(11) 国際公開番号 WO00/12446  (43) 国際公開日 2000年3月9日(09.03.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/04556  (22) 国際出願日 1999年8月24日(24.08.99)  (30) 優先権データ 特願平10/240887 1998年8月26日(26.08.98) JP  (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 東芝セラミックス株式会社 (TOSHIBA, CERAMICS CO., LTD.)[JP/JP] 〒163-0507 東京都新宿区西新宿1-26-2 Tokyo, (JP) 東京エレクトロン株式会社 (TOKYO ELECTRON LIMITED)[JP/JP] 〒107-0052 東京都港区赤坂5-3-6 Tokyo, (JP)  (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 宮崎 晃(MIYAZAKI, Akira)[JP/JP] 〒228-0825 神奈川県相模原市新磯野1-10-6 青翔寮111 Kanagawa, (JP) 森田敬司(MORITA, Keiji)[JP/JP] 〒228-0825 神奈川県相模原市新磯野1-10-6 青翔寮316 Kanagawa, (JP)	永坂幸行(NAGASAKA, SachiYuki)[JP/JP] 〒283-0048 千葉県東金市幸田684 ヴェルボヌール 206 Chiba, (JP) 守谷修司(MORIYA, Syuji)[JP/JP] 〒407-0204 山梨県北巨摩郡明野村上手524-27 Yamanashi, (JP)  (74) 代理人 弁理士 田辺 徹(TANABE, Tetsu) 〒105-0001 東京都港区虎ノ門2-8-1 虎ノ門電気ビル Tokyo, (JP)  (81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (DE, FR, GB, IT, NL)  添付公開書類 国際調査報告書	

(54)Title: PLASMA-RESISTANT MEMBER AND PLASMA TREATMENT APPARATUS USING THE SAME

(54)発明の名称 耐プラズマ部材およびそれを用いたプラズマ処理装置



(57) Abstract

A plasma-resistant member for use in a reaction chamber of an apparatus for plasma treatment, which is made from alumina sintered compact having a mean crystal grain diameter of 18 to 45  $\mu\text{m}$ , a surface roughness in terms of Ra of 0.8 to 3.0  $\mu\text{m}$  and a bulk density of 3.90  $\text{g/cm}^3$  or more.

プラズマ処理装置の反応室内で用いられる耐プラズマ部材は、平均結晶粒径が $18 \sim 45 \mu\text{m}$ 、表面粗さが $R_a$ で $0.8 \sim 3.0 \mu\text{m}$ 、かさ密度が $3.90 \text{ g/cm}^3$ 以上の緻密質アルミナ焼結体で形成されている。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SN	セネガル
BB	バルバドス	GE	グルジア	LV	ルクセンブルグ	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GN	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GW	ギニア・ビサウ	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BR	ブラジル	HR	クロアチア	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TM	トルクメニスタン
BY	ベラルーシ	HU	ハンガリー	ML	マリ	TR	トルコ
CA	カナダ	IE	アイルランド	MN	モンゴル	TT	トリニダード・トバゴ
CF	中央アフリカ	ID	インドネシア	MR	モーリタニア	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	IL	イスラエル	MW	マラウイ	UG	ウガンダ
CH	スイス	IN	インド	MX	メキシコ	US	米国
CI	コートジボワール	IS	アイスランド	NE	ニジェール	UZ	ウズベキスタン
CM	カメルーン	IT	イタリア	NL	オランダ	VN	ヴェトナム
CN	中国	JP	日本	NO	ノルウェー	YU	ユーゴスラビア
CR	コスタ・リカ	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド	ZA	南アフリカ共和国
CU	キューバ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド	ZW	ジンバブエ
CY	キプロス	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
CZ	チェッコ	KR	韓国	RO	ルーマニア		
DE	ドイツ						
DK	デンマーク						



## 明 細 書

耐プラズマ部材およびそれを用いたプラズマ処理装置

### 発明の背景

#### 発明の分野

この発明は、耐プラズマ部材およびそれを用いたプラズマ処理装置に関する。

#### 関連技術の説明

被処理体に形成したシリコン酸化膜 ( $\text{SiO}_2$ ) やリンシリカガラス (PSG) をエッチングするための平行平板型エッチング装置では、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{C}_2\text{F}_6$ 、 $\text{CHF}_3$  などフッ素化合物系のエッチングガスがプラズマで励起されて使用されている。これらのガスから発生する含フッ素活性化学種は石英ガラスや炭化珪素といった Si 系化合物を腐食する。そのため、ここに用いるエッチング装置の構成部品にはアルマイトアルミニウムやアルミナセラミックスが用いられてきた。微細な加工を行う工程や絶縁性が要求されるような場合は、より信頼性の高いアルミナセラミックスが多く使用されてきた。

こうしたエッチング装置で用いられるフッ素プラズマに対する耐食性に優れたアルミナセラミックスは、特開平 8-81258 号や特開平 8-231266 号などで提案されている。また、半導体集積回路の微細化が進展するに伴って、より微細な加工を歩留まりよく行う必要がある。そ

のため平行平板型エッチング装置に代わり種々の低圧高密度プラズマが提案されている。マイクロ波をプラズマ励起源に用いる装置において、マイクロ波透過材として使用されるアルミナは、特開平5-217946号、特開平6-345527号に提案されている。これらの半導体プロセス装置用アルミナセラミックス部品に関する提案は、フッ素プラズマに対する耐食性を発現させるために、アルミナの純度と結晶粒径を主として規定しているものである。

しかしながら、最近では半導体集積回路の微細化にともない、エッチングプロセスにおいては高アスペクト比の異方性エッチングがしばしば要求されている。これに応えるために、アンダーカットを最小に抑え、小さな開口の深い穴を加工するための側壁保護膜を形成する方法が採られるようになってきている。

図2は、この状態を原理的に拡大して示す。図2に示したように、エッチングした深い溝の側壁に保護膜を形成するには $\text{CClF}_3$ などの塩素を含むガスや $\text{C}_3\text{F}_8$ 、 $\text{C}_4\text{F}_8$ といった炭素-フッ素系(C-F系)ガスを用いて側壁にポリマー膜を堆積させる。ここでいうポリマーとは、フルオロカーボン重合物、アルミナ微粒子及び／又はアルミナフッ化生成物を含有するフルオロカーボン重合物である。

上記のようなガスを用いてエッチング処理を行うと、反応室の電極表面や反応室の内壁、クランプリング、電極絶縁部材等にも反応ガスの分解重合物(ポリマー)が堆積し

て膜を形成する。この膜は次第に厚くなると、剥がれ落ちて、半導体ウェーハ表面に再付着して歩留まりを低下させる。このために、エッチング操作では一定時間毎に装置（反応室）を開放してポリマーを除去するクリーニングをしなければならない。このクリーニングサイクルが短いことが生産性を低下させる原因となっていた。

アルミナ部品を用いることによる反応室内のポリマー生成対策に関連して特開昭61-289634号が提案されている。これによると、アルマイトアルミニウムに比べアルミナ材にはポリマーが生成しないことを見出したと記載されている。これを使用すると、エッチングガスとして、 $C_2F_6$ 、 $CHF_3$ の他に、 $C_3F_8$ と $CHF_3$ 、 $C_2F_6$ と $C_2H_4F_2$ などの混合ガスを用いてもポリマー生成を抑制する効果があると記載されている。

しかしながら、本発明者らが平行平板型エッチング装置で種々の実験をしたところ、アルミナセラミックス部品の表面にもかなりの量のポリマーが生成することが確認された。従って、特開昭61-289634号はごく限定された条件で実施された結果であると推定される。

また、特開平10-32237号には、平均結晶径が $20\mu m$ 以上の多孔質アルミナ焼結体からなるクランプリングが提案されている。このクランプリングは、堆積したポリマーの剥離抑制に対して従来に比べて大きな効果の得られるものであった。しかし、多孔質であるためにエッチングに際してのイオン衝撃やその他の機械的な衝撃によって

アルミナ粒子が脱落したり、強度が不十分で破損するなどの問題が生じた。

特に、強度の問題はクランプリングでは被処理体固定のため下部電極に抑圧する際に、また電極絶縁部材ではネジなどで取付ける際に、問題となる。また、電極に近いクランプリングや電極絶縁部材、フォーカスリング、覆い体等には、ポリマーが多く堆積し、ポリマーの剥離の問題がより深刻であった。

#### 発明の概要

この発明の目的は、アルミナ粒子の脱落がなく、しかも機械的強度にも優れ、さらに堆積したポリマーの剥離を抑制することが可能な耐プラズマ部材およびそれを用いたプラズマ処理装置を提供することである。

この発明の他の目的は、堆積したポリマーの除去を行うための装置クリーニングのサイクルを長くすることが可能な耐プラズマ部材およびそれを用いたプラズマ処理装置を提供することである。

この発明による耐プラズマ部材は、好ましくはプラズマ処理装置の反応室内で用いられる。耐プラズマ部材は、平均結晶粒径が $18 \sim 45 \mu\text{m}$ 、表面粗さが $R_a$ で $0.8 \sim 3.0 \mu\text{m}$ 、かさ密度が $3.90 \text{ g/cm}^3$ 以上の緻密質アルミナ焼結体である。緻密質アルミナ焼結体の純度が99.8%以上、Siの含有量が200 ppm以下、アルカリ金属の含有量が100 ppm以下であることが好ましい。

プラズマ処理装置は、上部電極および下部電極の少なくとも一方と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材、被処理体の処理面の周縁部を抑圧してこれを下部電極に保持するクランプリング、上部電極又は下部電極の近傍に設けられて反応性イオンを前記被処理体の処理面に効果的に入射させるためのフォーカスリング、および前記反応室の内壁を覆うように設けられる被覆部材を備える。前記電極絶縁部材、前記クランプリング、前記フォーカスリング、および前記被覆部材の少なくとも1つが、前述の耐プラズマ部材にて構成される。

また、プラズマ処理装置は、上部電極と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材、導電部材に高電圧を印加することによって被処理体を静電的に吸着保持する静電チャック、上部電極又は下部電極の近傍に設けられて反応性イオンを前記被処理体の処理面に効果的に入射させるためのフォーカスリング、および前記反応室の内壁を覆うように設けられる被覆部材を備える。前記電極絶縁部材、前記静電チャック、前記フォーカスリング、および前記被覆部材の少なくとも1つが、前述の耐プラズマ部材にて構成される。

また、プラズマ処理装置は、上部電極および下部電極の少なくとも一方と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材、導電部材に高電圧を印加することによって被処理体を静電的に吸着保持する静電チャック、上部電極又は下部電極の近傍に設けられて反応性イオンを前記被処理体の処理面に効果的に入射させるためのフォーカスリング、前記反応室

の内壁を覆うように設けられる被覆部材、および前記被処理体の処理面の周縁部を非接触で覆う覆い体を備える。前記電極絶縁部材、前記静電チャック、前記フォーカスリング、前記被覆部材、および前記覆い体の少なくとも1つが、前述の耐プラズマ部材にて構成される。

この発明は、耐プラズマ部材を改良したものである。その例をあげると、プラズマ処理装置の電極絶縁部材、フォーカスリング、クランプリング、静電チャック、反応室内壁を覆う被覆部材、覆い体などである。これらは、反応室内で用いる緻密質アルミナ焼結体からなる耐プラズマ部材である。その平均結晶粒径、表面粗さなどを以下のように特定する。

まず、平均結晶粒径の測定方法について説明する。すなわち、昭和62年7月25日発行の「セラミックスのキャラクタリゼーション技術」発行所： 社団法人窯業協会のp. 7に開示されている方法に従った。用いた方法はプラニメトリック法と称する方法で、Z. J e f f r i e sによって「C h e m. M e t. E n g r s. , 16, 503-504 (1917) ; i b i d. , 18, 185 (1918)」に報告されており、これが引用記載されたものである。以下にその方法を示す。

組織写真上で面積(A)が周知の円を描き、円内の粒子数 $n_c$ と円周にかかった粒子数 $n_i$ から次式によって単位面積あたりの粒子数を求める。

$$N_G = \{n_c + (1/2)n_i\} / (A / m^2)$$

$m$  は倍率である。 $1 / N_G$  が 1 個の占める面積であるから円相当径は  $2 / (\pi N_G)^{1/2}$  として得られる。

次に、表面粗さの測定方法について説明する。すなわち、J I S B 0 6 0 1 に開示された方法によって測定した。

$R_a$  は、粗さ曲線からその平均線の方に基準長さだけ抜き取り、この抜き取り部分の平行線の方に  $x$  軸を、縦倍率の方に  $y$  軸をとり、粗さ曲線を  $y = f(x)$  で表したとき、次の式によって求められる値をマイクロメートル ( $\mu m$ ) で表したものをいう。

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |f(x)| dx$$

ここに、 $l$  : 基準長さ。

この発明の耐プラズマ部材 (アルミナ焼結体) は、その平均結晶粒径を  $1.8 \sim 4.5 \mu m$  とすることが好ましい。アルミナ焼結体の平均結晶粒径が  $1.8 \mu m$  未満であると、部材に堆積したポリマーの付着膜が剥がれ易くなる。これが  $1.8 \mu m$  以上であると、この堆積物が剥がれ難くなる。

アルミナ焼結体を研削すると、アルミナ粒子の粒界破壊と粒内破壊が生じる。その部分にポリマーが堆積する時、アルミナ焼結体表面に現れた粒界破壊と粒内破壊の両方によく沿って堆積する。粒界破壊面は滑らかなため、この部分の膜の付着力は小さい。粒内破壊面はささくれ立っており、この部分を見ると、膜の付着力は大きい。

アルミナ焼結体の平均結晶粒径が  $18\ \mu\text{m}$  未満であると、研削面に占める粒界破壊面の割合が大きく、したがって粒子の破壊面とポリマーの密着性が劣り容易に剥離する。アルミナ焼結体の平均結晶粒径が  $18\ \mu\text{m}$  以上であると、粒内破壊面の割合が大きく、粒子の破壊面部分にポリマーが強固に密着し、剥離し難くなるためだと考えられる。

さらに、前述した付着力は膜を垂直に引っ張り剥がすために要する力である。熱衝撃等による熱応力は膜とアルミナ焼結体の界面で最も大きく、その界面と水平な方向に発生する。平均結晶粒径が  $18\ \mu\text{m}$  以上と大きい場合には、粒界破壊によって形成される窪みが大きく、その大きな窪みに埋め込まれたポリマー膜が「アンカー（錨）」の働きをし、熱応力に対する大きな抵抗を示し、ポリマー膜が剥がれ難くなる要因の一つとなっていると考えられる。

また、部材の平均結晶径が  $45\ \mu\text{m}$  を超えて大きい場合は部材の強度が低下する。さらに、粒径が  $45\ \mu\text{m}$  を超えたものであるときは、緻密なアルミナ焼結体を安定して製造することは困難である。こうした理由で、この発明では、アルミナ焼結体の平均結晶径を  $18\sim 45\ \mu\text{m}$  とするものである。

また、アルミナ焼結体の表面粗さは  $R_a$  で  $0.8\sim 3.0\ \mu\text{m}$  とする。表面粗さが  $R_a$  で  $0.8\ \mu\text{m}$  より小さい場合は熱サイクルに伴って発生する熱応力を緩和することができず付着膜は容易に剥離する。

プラズマエッチング装置は、放電と被処理体としての半



導体ウェーハの交換を繰り返して運転される。また、ウェーハのレジスト膜や側壁保護膜を守るために半導体ウェーハは常に冷却されている。従って、装置内の半導体ウェーハ周辺の部材は、放電とそれに伴うイオン衝撃による加熱、放電停止、ウェーハの移動及び載置による温度降下といった熱サイクルを繰返し受けるものである。こうした熱サイクルによる応力を緩和し、ポリマー付着膜の剥離を防ぐにはアルミナ焼結体の表面粗さの下限をRaで $0.8\mu\text{m}$ とすることが好ましい。

エッチング中において、クランプリングなどの部材に堆積するポリマーのような膜の付着は、主としてファンデルワールス力に起因する分散力によるものであって、付着膜と部材との間には化学結合はない。このためにポリマーの付着は表面の清浄度やその物理的性状に大きく依存するものと考えられる。

発明者らは種々の実験を重ねた結果、部材の平滑度とポリマー付着膜の剥離の関係を見出し、表面粗さをRaで $0.8\sim 3\mu\text{m}$ に仕上げたもので、アルミナ焼結体の平均結晶径が $1.8\mu\text{m}$ 以上であれば、ポリマー付着膜が最も剥がれ難くなることを見出したものである。

アルミナ焼結体の表面粗さの上限は、好ましくはRaで $3.0\mu\text{m}$ とする。Raで $3.0\mu\text{m}$ を超えると、部材が機械的衝撃を受けた場合など、表面の凹凸面からアルミナ粒子が脱落するおそれがあるとともに、アルミナ焼結体そのものの機械的強度も低下する。アルミナ焼結体の表面粗

さを上記範囲の値とするには通常のダイヤモンド研削加工で仕上げる事が出来る。

また、アルミナ焼結体は、緻密質でないと、強度が低下し、エッチングの際のイオン衝撃によりアルミナ粒子の脱落が生じたりする。それゆえ、アルミナ焼結体のかさ密度は  $3.90 \text{ g/cm}^3$  以上であることが好ましい。

また、アルミナ焼結体は純度が 99.8% 以上の高純度のものを用いる。さらに、Si が 200 ppm 以下、アルカリ金属が 100 ppm 以下であることが好ましい。Si が 200 ppm を超え、またアルカリ金属が 100 ppm を超えて大きい場合は、フッ素系化学種に対する耐食性が悪くなる。

以上は、少くとも図 1 に示すプラズマ処理装置の反応室で用いるクランプリング 1、フォーカスリング 17、電極と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材 10b、反応室の内壁を覆う被覆部材 6 などの部材（ポリマーが堆積する恐れのある部材）についていえるものである。

#### 図面の簡単な説明

図 1 は、この発明の一実施例によるプラズマ処理装置を示す概略断面図。

図 2 は、半導体集積回路のエッチングプロセスの加工方法を示す説明図。

図 3 は、放電時間とウェーハに付着したパーティクル数の変化の関係を示すグラフ。

図 4 は、この発明の他の実施例によるプラズマ処理装置

を示す断面図。

図5は、この発明のさらに他の実施例によるプラズマ処理装置を示す断面図。

### 好適な実施例の詳細な説明

以下に、この発明の複数の実施例を説明する。

#### 実施例 1

アルミナ焼結体を次のようにして作製した。純度99.9%のアルミナ原料粉に焼結助剤として $MgO$ 、 $SiO_2$ 、 $Na_2O$ を添加し、有機バインダーとイオン交換水を加えてよく混合しスラリーを得た。このスラリーをスプレードライヤで乾燥して、造粒し、これを金型プレスで所定の形状に成形した。次いで、これをコールドアイソスタティックプレス(CIP)により $1.0t/cm^2$ の圧力で成形した。これを $1000^\circ C$ で仮焼し、水素雰囲気中で $1800^\circ C$ で3～6時間保持して焼成した。

このようにして得られたアルミナ焼結体は、Siが22ppm、Naが4ppm、Mgが500ppm含まれていた。かさ密度は $3.99g/cm^3$ であった。これから切出した試験片を鏡面に研磨したのち、サーマルエッチングを行い、光学顕微鏡で組織を観察し、プラニメトリック法で平均結晶粒径を求めたところ $24\mu m$ であった。

次に、これを径250mm、厚さ12mmで中央に径200mmのシリコンウェーハを抑える爪付き穴が開いたリング状の形状に研削加工して、半導体エッチング装置用耐

プラズマ部材であるクランプリングを得た。最終の仕上段階の研削加工は、粒径200のダイヤモンド砥石を用いて行って、その表面粗さを $Ra = 1.3 \mu m$ とした。また、3点曲げ強さは300 MPaであり、強度は十分であった。

このクランプリングの効果を調べるために用いた半導体エッチング装置の概要は図1に示す通りである。

図1に示すエッチング装置は、半導体ウェーハ2にエッチング処理を施す反応炉10を備えている。この反応室10内には半導体ウェーハ2の載置台を兼ねた下部電極5と上部電極4とが配置されている。6は反応室10の内壁を覆う被覆部材である。下部電極5と反応室10の底面とは絶縁部材10aによって絶縁されており、上部電極4と反応室10の上壁とは絶縁部材10bによって絶縁されている。

下部電極5の周囲には、環状のフォーカスリング17およびこの発明によるクランプリング1が設けられている。フォーカスリング17は、反応性イオンを引き寄せない絶縁性材質からなり、反応性イオンを内周側の被処理体である半導体ウェーハ2に効果的に入射せしめる働きをなすものである。また、クランプリング1は、半導体ウェーハ2の周縁部を抑圧してウェーハ2を下部電極5に保持するためのものであって、ロッド12aを介して反応室10の上方に設けられた一対のシリンダ機構12bに連結されている。シリンダ機構12bによってロッド12aを介してクランプリング1が抑圧されることにより、半導体ウェーハ

2が下部電極5へクランプされる。

上部電極4は下部電極5に対向するように下部電極5の上方に設けられており、その中には中空部11を有し、円盤状をなしている。この上部電極4の上面にはエッチングガスを供給するガス供給管13が連結され、またその下面には多数の細孔9が形成されている。エッチングガス供給源14からガス供給管13を介して上部電極4内に供給されたエッチングガスが、細孔9を通して反応室10内へ供給される。

上記の上部電極4と下部電極5には、それぞれ高周波電源3A及び3Bが接続されている。これら高周波電源から各電極に高周波電圧が印加される。また、上記反応室の側部の下端近傍には真空排気管15が連結されている。この真空排気管15を介して排気装置16によって反応室10内が所定の真空度にされる。

上記エッチング装置でもって、半導体ウェーハ2は下部電極5に本発明の耐プラズマ部材からなるクランプリング1によって固定され、上部電極4と下部電極5との間で高周波電源3A、3Bから供給される高周波電力によって放電が生じ、反応ガスがプラズマ化する。一定時間の反応プロセスを終えると、ウェーハ2はウェーハ出し入れ口7から反応室10の外に取出され、新たなウェーハがそこに移動されて載置される。その後、同じような反応プロセスが開始される。なお、こうした操作を繰り返していくと、クランプリング1にポリマー付着膜が形成される。図1では

これを符号 8 で示した。

前述の諸工程を次の条件で繰返し行い、径 200 mm (8 インチ) の半導体ウェーハ上に付着した 0.2  $\mu$ m 以上のパーティクルの個数を調べた。

反応ガスの組成  $\text{CHF}_3$  :  $\text{CF}_4$  :  $\text{Ar}$  = 30 : 30  
: 600 (sccm)

ガス圧力 300 mTorr

高周波電力 1300 w (13.56 MHz)

この結果を図 3 に、放電時間とウェーハ上に付着したパーティクル個数の関係で示した。なお、ここで放電時間とは高周波電力供給の積算時間のことである。パーティクルの管理値は 30 個とした。実際の生産時のエッチング装置の稼動では、パーティクル数が 30 個を超える前に反応室を開き、クリーニングを行う必要がある。また、この結果は、表 1 に記載の実施例 1 にも示した。

図 3 に示すように、本発明による耐プラズマ部材からなるクランプリング 1 を用いた場合は、パーティクルが管理値を超えるまでの時間は約 80 時間である。このように、本発明によれば、付着するポリマーの被膜が剥がれ難くなって、エッチング装置のクリーニング頻度を少なくして生産性を大きく上げることが出来るようになった。

#### 比較例 1

実施例 1 と同様の方法で得た仮焼体について、焼結条件を実施例 1 と異なって水素雰囲気中 1700  $^{\circ}\text{C}$ 、保持時間 1.5 時間で焼成し、平均結晶粒径が 13  $\mu$ m のアルミナ

焼結体を得た。これを用いて実施例 1 と同様にして同様のサイズのクランプリングを得た。これを用いて、実施例 1 と同様にしてパーティクルが管理値 30 を超えるまでの放電時間を求めた。その結果及びアルミナ純度、Mg 含有率、Si 含有率、Na 含有率、表面粗さ、かさ密度、曲げ強さを表 1 中の比較例 1 に示した。

比較例 1 は Si 含有率、Na 含有率、表面粗さ、かさ密度などの条件はいずれも満足するが、アルミナの平均結晶径が小さいので、短い放電時間でポリマー付着膜が剥がれパーティクルが発生する結果となっている。

#### 実施例 2

実施例 2 では実施例 1 の場合よりも平均結晶径が大きなアルミナ焼結体を作製した。即ち、原料は実施例 1 と同じものを用いたが、実施例 2 の場合はさらに焼結助材の添加量を調節して、実施例 1 に比較して MgO 量を 2 割減らし、SiO<sub>2</sub> 量及び Na<sub>2</sub>O 量を 2 倍とした。また、焼結は水素雰囲気中 1800℃、保持時間 6～20 時間で焼成し、平均結晶粒径が 40 μm のアルミナ焼結体を得た。得られたアルミナ焼結体を用いて、実施例 1 と同様にしてクランプリングを得た。これを用いて実施例 1 と同様にしてパーティクルが管理値 30 を超えるまでの放電時間を求めた。その結果及びアルミナ純度、Mg 含有率、Si 含有率、Na 含有率、表面粗さ、かさ密度、曲げ強さを表 1 中の実施例 2 に示した。

表 1 から分かるように、本発明による実施例 2 のものは

パーティクル発生までの放電時間が70時間と長くて、付着するポリマー被膜が剥がれ難く、エッチング装置のクリーニング頻度を少なくして生産性を高めることが出来る。

#### 比較例 2

市販のアルミナセラミックス材料のアルミナ純度、Si含有率、Na含有率、表面粗さ、かさ密度、平均結晶粒径などを表1に示す。また、その組織の光学顕微鏡写真を観察し、平均結晶径を求めたところ、 $12\mu\text{m}$ と小さかった。これを用いて実施例1と同様にしてクランプリングを得た。これを用いて実施例1と同様にしてパーティクルが管理値30を超えるまでの放電時間を求めた。その結果を表1中の比較例2に示した。

#### 急冷熱衝撃試験（実施例3～6、比較例3、4）

表面粗さ、平均結晶粒径を変化させた、寸法 $10\times 10\times 1$  (mm)のアルミナ焼結体の試験片を用意した。これらの試験片は全て、かさ密度が $3.92\sim 3.99\text{ g/cm}^3$ 、アルミナ純度が99.9%、Mg含有率が350～520ppm、Si含有率が22～32ppm、Na含有率が4～58ppmである。

これらの試験片を実施例1で用いたエッチング装置のクランプリング上に両面テープで固定し、実施例1と同様の条件で15時間反応させ、ポリマー膜を付着させた。

次に、これらの試験片をホットプレート上に載置して $100^\circ\text{C}$ に予熱し、直ちにドライアイス—メタノール寒剤（マイナス $72^\circ\text{C}$ ）に投入して熱衝撃を与え、ポリマー膜



の剥離状態を実体顕微鏡により観察した。続いて、再びホットプレートで100℃に予熱し、直ちに液体窒素（マイナス197℃）に投入して熱衝撃を与え、ポリマー膜の剥離状態を実体顕微鏡により観察した。その結果を表2に示す。

表2に示すように、平均結晶粒径、表面粗さが共に本発明の範囲内である場合には、熱衝撃を加えても熱応力が緩和され、ポリマー膜が剥離しなかった。しかし、平均結晶粒径が18 $\mu$ m以上であっても表面粗さがRaで0.8 $\mu$ m未満では熱応力を緩和できずに容易に膜が剥離することが分かった。

また、図1の実施例では、クランプリング1を本発明の耐プラズマ部材で形成した例を示した。本発明は、反応ガス雰囲気中（反応室内）で使用する、セラミックス材料にて構成可能な部品（部材）にも適用できる。たとえば、反応室の内壁の被覆部材6、電極絶縁部材10aないし10b、およびフォーカスリング17を本発明の耐プラズマ部材にて形成することができる。そのようにすれば、より効果的にポリマーの剥離を防止して、クリーニングサイクルを長くすることが可能である。

#### 図4の実施例

図4は本発明の他の実施例を示す。図4の実施例は図1の実施例とは以下の点で相違する。図1の実施例と同一または類似する部分には、同一または類似する参照符号を付し、その詳細な説明は省略する。

図 4 の実施例は、前述のクランプリング 1 に代えて、静電チャック 18 を用いた構成である。下部電極 5 の中央上面に半導体ウェーハ 2 を保持するチャック部としての静電チャック 18 が、半導体ウェーハと略同径大に設けられている。この静電チャック 18 は、銅箔等の導電膜 19 を本発明のアルミナ焼結体にて絶縁状態で挟み込むことにより構成される。そして、この導電膜 19 に電圧供給リード 20 を介して直流電圧を印加する。それによって、静電チャック 18 の上面に半導体ウェーハ 2 をクーロン力により吸引保持することができる。

図 4 の実施例は、静電チャック 18 に限定されない。たとえば、反応室内壁の被覆部材 6、電極絶縁部材 10a ないし 10b、およびフォーカスリング 17 の少なくとも 1 つを本発明の耐プラズマ部材にて形成できる。その場合、反応室内の構成部材上に堆積したポリマーが剥離するのを防止することができる。

なお、図 1 の実施例および図 4 の実施例では、上部電極 4 および下部電極 5 の各々に高周波電圧を印加する形態を示したが、上部電極 4 および下部電極 5 のいずれか一方の電極に高周波電圧を印加する形態にも適用できる。

#### 図 5 の実施例

図 5 は、この発明のさらに他の実施例を示す。これは図 4 に示すものに半導体ウェーハの周縁部を非接触で覆う覆い体 30 を加えた点が異なるだけである。この覆い体 30 は、図 1 に示すと同じように複数のロッド 12a を介して

反応炉 10 の上方に設けられたシリンダ機構 12 b に連結されている。

被処理体（半導体ウェーハ 2）の処理面の周縁部を非接触で覆う覆い体を備えるプラズマ処理装置にあっては、覆い体によって被処理体の処理面の周縁部のプラズマによる処理の進行を抑制することができ、被処理体の周縁部に付着するパーティクルの付着量を抑制することができる。また、エッチング処理で生成される反応生成物が、半導体ウェーハの周縁部と覆い体との間に付着するのを抑制することができる。更に半導体ウェーハが覆い体と接触した際に、その振動によって覆い体に付着した反応生成物が半導体ウェーハ上に落下するのも防止することができる。

#### 他の実施例

さらに、前述の実施例では、プラズマ処理装置をプラズマエッチング装置に適用したが、本発明は、かかる装置に限定されることなく、反応生成物が発生する他の装置、たとえば CVD 装置にも適応可能である。

以上のように、この発明によれば、アルミナ粒子の脱落がなく、しかも機械的強度にも優れ、その上堆積したポリマー付着膜が剥がれ難くなり、その結果として装置のクリーニングサイクルを長くすることが可能な耐プラズマ部材およびそれを用いた種々のプラズマ処理装置を提供することができる。

表 1

実験例	アルミナ 純度 (%)	Mg 含有率 (ppm)	Si 含有率 (ppm)	Na 含有率 (ppm)	平均結晶 粒 径 ( $\mu$ m)	表面粗さ Ra ( $\mu$ m)	かさ密度 ( $g/cm^3$ )	パーデイクルが 管理値を超える までの放電時間 (h)	三点曲げ 強 さ (MPa)
実施例 1	99.9	500	22	4	24	1.3	3.99	80	300
比較例 1	99.9	520	25	4	13	1.0	3.98	22	300
実施例 2	99.9	400	30	8	40	1.6	3.97	70	300
比較例 2	99.9	350	32	58	12	1.1	3.89	18	300

表 2

	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	表面粗さ $R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	剥 離 状 態	
			ドライアイス- メタノール 寒剤投入後	液体窒素 投入後
実施例 3	27.0	2.20	剥離なし	剥離なし
実施例 4	27.0	1.30	剥離なし	剥離なし
比較例 3	27.0	0.02	剥 離	剥 離
実施例 5	21.7	2.20	剥離なし	剥離なし
実施例 6	21.7	1.34	剥離なし	剥離なし
比較例 4	21.7	0.02	剥 離	剥 離

## 請 求 の 範 囲

1. プラズマ処理装置の反応室内で用いられる耐プラズマ部材において、平均結晶粒径が $18 \sim 45 \mu\text{m}$ 、表面粗さが $R_a$ で $0.8 \sim 3.0 \mu\text{m}$ 、かさ密度が $3.90 \text{ g/cm}^3$ 以上の緻密質アルミナ焼結体で形成されていることを特徴とする耐プラズマ部材。

2. 緻密質アルミナ焼結体の純度が $99.8\%$ 以上、 $\text{Si}$ の含有量が $200 \text{ ppm}$ 以下、アルカリ金属の含有量が $100 \text{ ppm}$ 以下であることを特徴とする請求項1記載の耐プラズマ部材。

3. 上部電極および下部電極の少なくとも一方と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材、被処理体の処理面の周縁部を抑圧してこれを下部電極に保持するクランプリング、上部電極又は下部電極の近傍に設けられて反応性イオンを前記被処理体の処理面に効果的に入射させるためのフォーカスリング、および前記反応室の内壁を覆うように設けられる被覆部材を備えるプラズマ処理装置において、前記電極絶縁部材、前記クランプリング、前記フォーカスリング、および前記被覆部材の少なくとも1つを、請求項1または請求項2記載の耐プラズマ部材にて構成するようにしたこととを特徴とするプラズマ処理装置。

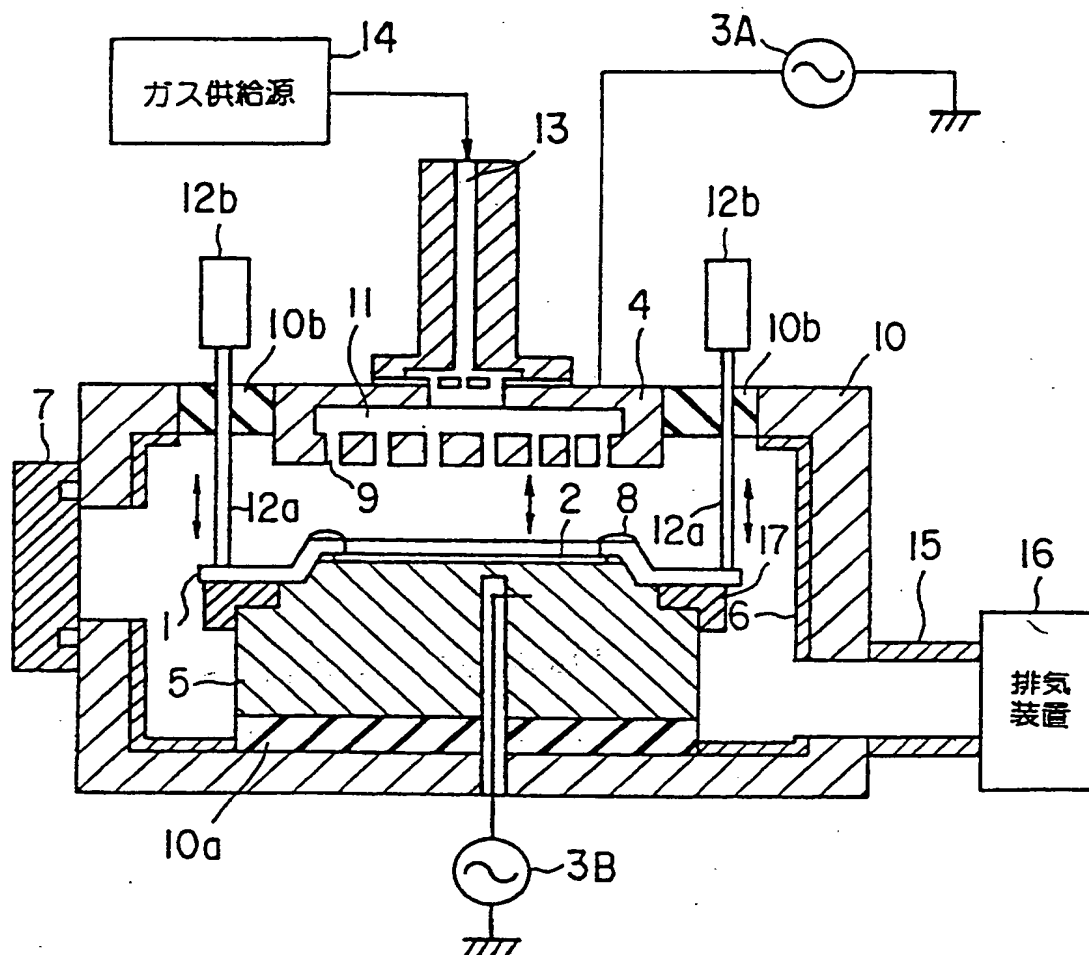
4. 上部電極および下部電極の少なくとも一方と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材、導電部材に高電圧を印加することによって被処理体を静電的に吸着保持する静電チャック、上部電極又は下部電極の近傍に設けられて反応性イオンを前記被処理体の処理面に効果的に入射させるためのフォーカスリング、および前記反応室の内壁を覆うように設けられる被覆部材を備えるプラズマ処理装置において、前記電極絶縁部材、前記静電チャック、前記フォーカスリング、および前記被覆部材の少なくとも1つを、請求項1または請求項2記載の耐プラズマ部材にて構成するようにしたことを特徴とするプラズマ処理装置。

5. 上部電極および下部電極の少なくとも一方と反応室とを絶縁するための電極絶縁部材、導電部材に高電圧を印加することによって被処理体を静電的に吸着保持する静電チャック、上部電極又は下部電極の近傍に設けられて反応性イオンを前記被処理体の処理面に効果的に入射させるためのフォーカスリング、前記反応室の内壁を覆うように設けられる被覆部材、および前記被処理体の処理面の周縁部を非接触で覆う覆い体を備えるプラズマ処理装置において、前記電極絶縁部材、前記静電チャック、前記フォーカスリング、前記被覆部材、および前記覆い体の少なくとも1つを、請求項1または請求項2の耐プラズマ部材にて構成するようにしたことを特徴とするプラズマ処理装置。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



FIG. 1



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

FIG. 2

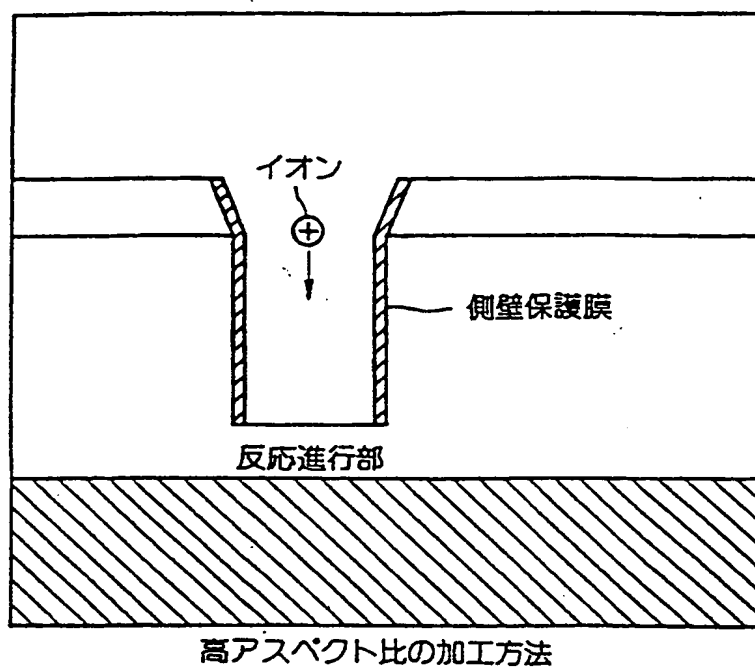
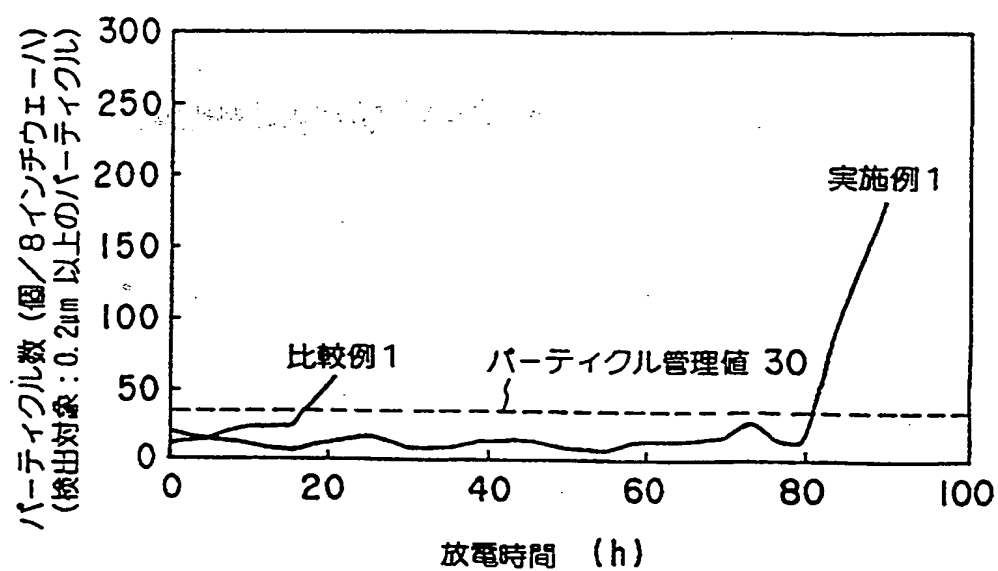


FIG. 3



放電時間とウェーハに付着したパーティクル数の変化

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**